Zur Frage der Koerzitivkraft von Nickel-Einkristallen in Abhängigkeit von Temperatur, Orientierung und plastischer Verformung

Inaugural-Dissertation
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Ludwig-Maximilians-Universität
München

vorgelegt
von

Dieter Krause
aus Magdeburg

Januar 1962

1962

1. Berichterstatter: Prof. Dr. W. Rollwagen

2. Berichterstatter: Prof. Dr. A. Faessler

Tag der mündlichen Prüfung: 28. Februar 1962

Zeitschrift für Physik 168, 239—265 (1962)

RIJKSUNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

Aus dem II. Physikalischen Institut der Universität München

Zur Frage der Koerzitivkraft von Nickel-Einkristallen in Abhängigkeit von Temperatur, Orientierung und plastischer Verformung

Von

DIETER KRAUSE*

Mit 17 Figuren im Text

(Eingegangen am 31. Januar 1962)

Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft unverformter, gut ausgeglühter Nickel-Einkristalle aller Orientierungen läßt sich im Gebiet sehr tiefer Temperaturen durch die Beziehung $H_c = b_1 K^{-\frac{1}{4}}$ darstellen.

Die Untersuchung der Koerzitivkraft verformter Nickel-Einkristalle mit mittlerer und [110]-Orientierung im Bereich I der Einkristall-Verfestigungskurve ergibt für Meßtemperaturen zwischen $-180°$ C und $+160°$ C eine Abhängigkeit $H_c^{\mathrm{I}} \sim \sqrt{\tau - \tau_0}$. Im Bereich II wird die Beziehung $H_c^{\mathrm{II}} \sim \tau$ näherungsweise bestätigt.

Um den Verlauf der Koerzitivkraft von verformten Kristallen in Abhängigkeit von Temperatur und Orientierung zu erklären, ist im Temperaturgebiet zwischen $-100°$ C und $+150°$ C die Annahme eines zweiten Ummagnetisierungsvorganges neben der Blochwandverschiebung nötig.

Die Lage der Koerzitivkraft-Maxima in Abhängigkeit von der Temperatur ändert sich mit zunehmender Verformung für Kristalle aller Orientierungen gemäß der Beziehung $\sqrt{N} \sim \frac{K}{\lambda_s G}$.

1. Einführung

Die Wirkung einer plastischen Verformung auf die magnetischen Eigenschaften eines ferromagnetischen Materials ist sehr unterschiedlich. Die sogenannten „Kristalleigenschaften", zu denen die Sättigungsmagnetisierung I_s, die Magnetostriktion λ, die Curie-Temperatur T_c und die Kristallenergie K zählen, werden bei reinen Metallen durch die Verformung nicht oder doch fast nicht verändert. Sehr stark beeinflußt werden dagegen alle Größen, die die Magnetisierungskurve beschreiben, also z.B. die Einmündung in die Sättigung, die Remanenz I_R, die Anfangssuszeptibilität χ_a und die Koerzitivkraft H_c.

Die physikalische Ursache für die Auswirkung der Verformung auf diese „Hystereseeigenschaften" besteht in der magnetoelastischen Wechselwirkung zwischen den Spannungsfeldern der Gitterfehler und den Bloch-Wänden bzw. der Magnetisierung. Als Meßgröße für diesen Prozeß eignet sich im Gebiet kleiner Feldstärken besonders die Koerzitivkraft, da ihre Messung unabhängig von der Probenform erfolgen kann,

* Diss. München 1962.

d.h. sie wird nicht durch den Entmagnetisierungsfaktor beeinflußt*. Diese Magnetisierungskoerzitivkraft ${}_iH_c$, die im folgenden kurz H_c genannt wird, ist diejenige magnetische Feldstärke, die nach einer Sättigung der Probe deren Magnetisierung wieder zum Verschwinden bringt.

Das Experiment hat gezeigt, daß die Koerzitivkraft von Nickel sehr stark von der Temperatur abhängt, und zwar überwiegt in bestimmten Temperaturbereichen meist der Einfluß eines einzigen Ummagnetisierungsprozesses. Welcher der folgenden Prozesse das Übergewicht besitzt, die Drehung der Magnetisierung, die Wölbung oder die Verschiebung von Bloch-Wänden, hängt ab von der jeweiligen Größe der Kristall-Anisotropieenergie und der Energie der Spannungsfelder. Auf Grund der starken Temperaturabhängigkeit der Kristallenergie ist Nickel für eine Nachprüfung der theoretischen Ergebnisse besonders geeignet, da man bei Nickel durch eine einfache Temperaturvariation die verschiedenen Fälle realisieren kann.

In der vorliegenden Arbeit wird die Koerzitivkraft von Nickel-Einkristallen als Funktion der Verformung und der Temperatur untersucht. Im einzelnen werden Aussagen zu den folgenden Fragen gemacht:

1. Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft von Nickel-Einkristallen im ausgeglühten Zustand nach der Züchtung.

2. Einfluß der Einkristallorientierung auf den Verlauf der Koerzitivkraftkurven als Funktion der Temperatur bei verformten Kristallen.

3. Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft verformter Kristalle unterhalb von $+150°$ C, insbesondere Aussagen über die Lage der Koerzitivkraftmaxima als Funktion der Verformung.

4. Die Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft in den Bereichen I und II der Einkristall-Verfestigungskurve, sowie Angaben über die Größe der Ableitungen $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \sqrt{\tau - \tau_0}}\right)_{\mathrm{I}}$ und $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \tau}\right)_{\mathrm{II}}$ **.

2. Theoretischer Teil

2.1. Verfestigungstheorie

Nickel gehört zu den kubisch-flächenzentriert kristallisierenden Metallen, deren plastisches Verhalten in den letzten 10 Jahren experimentell und theoretisch weitgehend aufgeklärt wurde[1,2]. In Fig. 1 sind

* Inwieweit das zulässig ist, wird in § 4.2 diskutiert. Daneben s. auch: BIEDERMANN, E.: In: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus. 1958.

** Mit τ wird die Schubspannung im betätigten Gleitsystem bezeichnet; τ_0 ist die kritische Schubspannung.

[1] SEEGER, A.: In Handbuch der Physik, Bd. VII/2 (1958); dort auch weitere Literaturhinweise.

[2] SEEGER, A., H. KRONMÜLLER, S. MADER and H. TRÄUBLE: Phil. Mag. **6**, 639 (1961).

charakteristische Verfestigungskurven für Kristalle der hier untersuchten Orientierungen wiedergegeben. Die Kristalle mittlerer Orientierung besitzen einen verfestigungsarmen Bereich I, der durch die Betätigung eines einzigen Gleitsystems gekennzeichnet ist und einen daran anschließenden steilen Bereich II, in dem Reaktionen zwischen den Versetzungen verschiedener Gleitsysteme stattfinden. Durch Verformung in flüssiger Luft kann der Bereich I, wie ersichtlich, beträchtlich verlängert werden. Der sich zu noch höheren Verformungen anschließende Bereich III interessiert im Rahmen dieser Arbeit nicht.

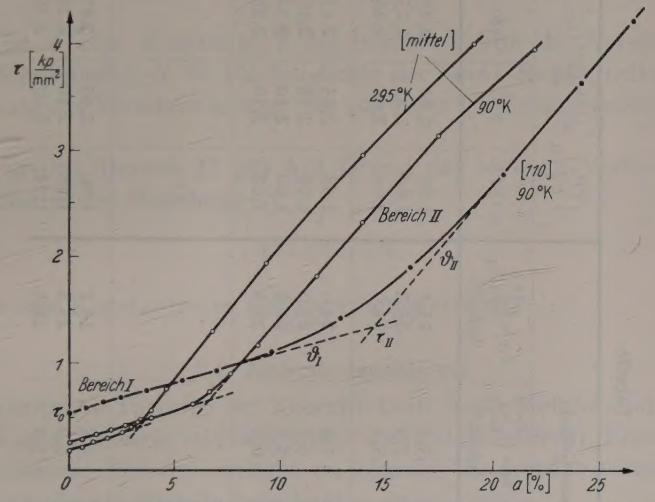

Fig. 1. Verfestigungskurven von Nickel-Einkristallen mit easy-glide-Bereich für verschiedene Orientierungen und Verformungstemperaturen

Im Gegensatz zu den mittleren Orientierungen sind bei eckenorientierten Kristallen von Anfang an mehrere Gleitsysteme gleichberechtigt. Bei den [110]-Kristallen wird aber bei Beginn der Abgleitung oft nur ein Gleitsystem betätigt, so daß sich auch hier ein, oft besonders langer, easy-glide-Bereich ausbildet[3]. Diese Unterdrückung von gleichberechtigten Gleitsystemen findet man bei den [100]-Kristallen nur sehr selten und bei [111]-Kristallen überhaupt nicht. Dort tritt also stets von Anfang an Vielfachgleitung auf, die theoretisch nicht so einfach zu behandeln ist wie die Einfachgleitung.

Die experimentellen Werte für die Größen, die die mechanische Verfestigungskurve kennzeichnen, sind für alle in dieser Arbeit untersuchten Kristalle in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt. Die Werte für die kritische Schubspannung τ_0 ergeben sich kleiner oder höchstens gleich den Werten, die aus der Literatur bekannt sind. Das

[3] Kocks, U.F.: Acta metallurg. **8**, 345 (1960).

Tabelle

Kristall-			Mechanische Größen				$\left(\frac{\partial H_c}{\partial \tau}\right)_{II}$ in $\left[\frac{\text{Oe mm}^2}{\text{kp}}\right]$ bei:			$\left(\frac{\partial H_c}{\partial \sqrt{\tau-\tau_0}}\right)_{I}$ in $\left[\frac{\text{Oe mm}}{\text{kp}^{\frac{1}{2}}}\right]$ bei:		
Nr.	Orientierung	Verformungs-temperatur	τ_0 [kp/mm²]	a_{II} [%]	$\vartheta_I = \left(\frac{d\tau}{da}\right)_I$ [kp/mm²]	$\vartheta_{II} = \left(\frac{d\tau}{da}\right)_{II}$ [kp/mm²]	+150° C	0° C	−180° C	+150° C	0° C	−180° C
44	[mittel]	90° K	0,27	7,6	5,3	25,1	1,80	2,11	2,25	1,85	2,59	2,41
53	[mittel]	90° K	0,21	5,4	7,0	25,2	1,85	2,25	2,23	1,74	2,46	2,30
57	[mittel]	295° K	0,15	4,1	8,1	24,0	2,04	2,49	2,48	1,34	2,01	1,90
51	[mittel]	90° K	0,25	5,7	5,8	24,0	2,08	2,35	2,43	1,96	2,65	2,42
52	[mittel]	90° K	0,25	6,6	6,3	23,0	1,98	2,35	2,48	1,92	2,60	2,44
55	[mittel]	295° K	0,19	3,0	5,8	24,2	1,60	2,50	2,32	1,57	2,13	1,93
58	[mittel]	295° K	0,19	3,1	6,5	25,8	1,62	2,50	2,38	1,54	2,24	2,09
17	[111]	90° K	$\sigma_0 = 1{,}21$									
22	[110]	90° K	0,35									
127	[100]	90° K	$\sigma_0 = 1{,}42$									
Poly	poly	90° K	$\sigma_0 = 1{,}26$									
137	[110]	90° K	0,52	14,3	5,8	23,7	1,90	2,45	2,45	3,23	3,90	2,92
134	[110]	90° K	0,51	14,0	6,9	28,8	1,48	2,10	2,25	3,24	3,82	3,02
129	[110]	90° K	0,42	17,2	5,9	28,5	1,71	2,07	2,30	3,07	3,66	2,90

läßt darauf schließen, daß die Versetzungsdichte der Grundstruktur kleiner war, was auch die sehr niedrigen Koerzitivkraftwerte bestätigen. Für die Untersuchungen bei kleinen Verformungen ist das von besonderer Bedeutung.

Nach SEEGER u. Mitarb.[2] kann man unter Berücksichtigung des Verfestigungsmechanismus, der mit elektronenmikroskopischen Arbeiten aufgeklärt wurde, für den Bereich I der Verfestigungskurve folgende Beziehung zwischen der Fließspannung τ und der Versetzungsdichte ableiten:

$$\tau = \tau_0 + C\,b\,G\,n\,N.$$

Dabei ist C eine Konstante, b der Burgers-Vektor der Versetzungen, G der Schubmodul, N die Flächendichte der Frank-Read-Quellen und n die Anzahl der Versetzungsringe, die von jeder Quelle abgegeben worden sind.

Im steilen Bereich II gilt auf Grund des anderen Verfestigungsmechanismus die Beziehung[1]:

$$\tau = \alpha\,b\,G\sqrt{N},$$

wobei α eine Konstante der Größenordnung eins ist.

2.2. Koerzitivkrafttheorie

Quantitative Theorien der Koerzitivkraft reiner Metalle sind mathematisch sehr schwierig und heute noch weit davon entfernt, Einzelheiten der gemessenen Kurven erklären zu können. Es wurden verschiedene stark vereinfachte Modelle berechnet.

Oberhalb von etwa + 150 bis 200° C ist die Kristallanisotropie von Ni gegenüber der Spannungsanisotropie zu vernachlässigen. Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft von Nickel wird hier sehr gut durch die Theorien beschrieben, die nur einen Mittelwert des Eigenspannungsbetrages enthalten. Dazu gehören die Ummagnetisierung durch reine Drehprozesse[4], sowie die Spannungstheorien nach KERSTEN[5] und KONDORSKY[6]. Im Gegensatz zur Theorie der Drehprozesse wird bei den Spannungstheorien die in diesem Temperaturgebiet unbestätigte Annahme gemacht, daß Bloch-Wände wirklich existieren.

Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft ist identisch mit der des Quotienten $\frac{\lambda_s G}{I_s}$, den alle oben genannten Theorien[4–6] liefern. Dabei ist λ_s die als isotrop angenommene Sättigungsmagnetostriktion und I_s die

[4] BECKER, R., u. W. DÖRING: Ferromagnetismus. Berlin: Springer 1939.

[5] KERSTEN, M.: In: Probleme der technischen Magnetisierungskurve, herausgeg. von R. BECKER. Berlin: Springer 1938.

[6] KONDORSKY, E. J.: Phys. Z. Sowjet. **11**, 597 (1937).

Sättigungsmagnetisierung. Im übrigen ist die Koerzitivkraft proportional zum mittleren Eigenspannungsbetrag σ_i, der seinerseits proportional zur angelegten Schubspannung τ ist. Man erwartet also, daß für diese Temperaturen $H_c \sim \tau$ zunimmt, und zwar unabhängig von der Orientierung des Kristalls.

Bei tiefen Temperaturen und damit großer Kristallenergie ist die obige Betrachtungsweise nicht mehr zulässig, man muß vielmehr die Anordnung der Versetzungen und der Bloch-Wände sowie ihre gegenseitige Wechselwirkung berücksichtigen. Die erste mit statistischen Methoden gewonnene Versetzungstheorie stammt von VICENA[7]. Weitergeführt und verfeinert wurde sie in den letzten Jahren durch Arbeiten von RIEDER[8] und TRÄUBLE[9]. Gemeinsame Aussage dieser Theorien ist, daß zwischen der Koerzitivkraft und der Versetzungsdichte der Zusammenhang besteht:

$$H_c \sim \sqrt{N}.$$

Für die Bereiche I und II der Verfestigungskurve erwartet man damit die Beziehungen

$$H_c^{\mathrm{I}} \sim \sqrt{\tau - \tau_0}$$

und

$$H_c^{\mathrm{II}} \sim \tau.$$

Die Temperaturabhängigkeit der Versetzungstheorien, die alle einen Abfall der Koerzitivkraft zu tiefen Temperaturen hin verlangen, ist unter Vernachlässigung des Temperaturganges von Magnetostriktion, Schubmodul und Sättigungsmagnetisierung durch die im Nenner auftretende Kristallenergie bedingt, und zwar bieten die verschiedenen Theorien verschiedene Potenzen an.

RIEDER[8] berechnet aus verschiedenartigen Modellen Abhängigkeiten zwischen K^{-1} und $K^{-\frac{1}{4}}$, während von VICENA[7] $K^{-\frac{1}{2}}$ und von TRÄUBLE[9] $K^{-\frac{1}{4}}$ vorgeschlagen wird.

Diese Theorien machen die Voraussetzung, daß die Versetzungen statistisch im Kristall verteilt sind, und daß die Bloch-Wände stets eben bleiben, so daß eine Ummagnetisierung nur durch Verschieben derselben erfolgen kann.

Im Gegensatz dazu nimmt die Theorie der Blochwandwölbung nach KERSTEN[10] an, daß die Bloch-Wände an den Versetzungen haften und sich dazwischen auswölben können, um die Magnetisierung zu ändern.

---

[7] VICENA, F.: Czech. J. Phys. **5**, 480 (1955).
[8] RIEDER, G.: Z. angew. Phys. **9**, 187 (1957).
[9] TRÄUBLE, H.: Vortrag auf der Tagung in Gemen 1960.
[10] KERSTEN, M.: Z. angew. Phys. **8**, 496 (1956).

Die Anordnung der Versetzungen wird als quadratisches Netz angenommen. Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft ergibt sich in diesem Modell proportional zu $\sqrt{K}$, liefert also einen Anstieg zu tiefen Temperaturen hin. Die Abhängigkeit von der Versetzungsdichte lautet wie bei den Theorien mit Blochwandverschiebung $H_c \sim \sqrt{N}$.

Jede Störung eines idealen ferromagnetischen Kristalls ist von einem mechanischen Spannungsfeld und von einem magnetischen Streufeld umgeben. Wie NÉEL[11] gezeigt hat, können diese magnetischen Streufelder unter Umständen weit stärkere Wechselwirkungen mit der Magnetisierung oder den Bloch-Wänden haben als die Spannungsfelder. Zur Berechnung der Koerzitivkraft wird auch bei dieser sogenannten Streufeldtheorie die Annahme gemacht, daß die Ummagnetisierung durch Verschieben der stets ebenen Bloch-Wände erfolgt. Im Gebiet überwiegender Kristallenergie liefert sie eine Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft proportional zu K^{-1}, im Gebiet überwiegender Spannungsenergie genau wie die Theorien[4-6] eine Proportionalität zum Quotienten $\frac{\lambda_s G}{I_s}$.

3. Vorliegende experimentelle Ergebnisse

Eine Zunahme der Koerzitivkraft bei plastischer Verformung einer ferromagnetischen Probe wird durch eine größere Anzahl von Arbeiten sichergestellt[12-15]. Die ersten Messungen an Nickel-Einkristallen stammen von DIETRICH und KNELLER[13], sowie KNELLER und SCHMELZER[15] ★. Diese Autoren stellen fest, daß die Koerzitivkraft im Bereich II der Verfestigungskurve wie erwartet für alle Temperaturen näherungsweise linear mit der Schubspannung ansteigt. Bei tiefen Temperaturen, angegeben sind Kurven für $-200°$ C, tritt dabei eine Abhängigkeit der Steigung $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \tau}\right)_{II}$ von der Orientierung des Kristalls auf, die bei hohen Temperaturen ($+200°$ C) fehlt. Im Bereich I beobachteten KNELLER und SCHMELZER[15] ein steileres und nicht mehr lineares Ansteigen von H_c mit τ, worüber aber keine weitergehenden Aussagen gemacht werden.

★ Gemeint sind Messungen an plastisch verformten Kristallen. Die ersten Messungen des Temperaturverlaufs der Koerzitivkraft an unverformten Nickel-Einkristallen stammen von OKAMURA, T., and T. HIRONE: Phys. Rev. **55**, 102 (1939).

[11] NÉEL, L.: Ann. Uni. Grenoble **22**, 299 (1946).

[12] KERSTEN, M.: Z. techn. Phys. **12**, 665 (1931); — Z. Physik **71**, 553 (1931); — Z. Metallk. **27**, 100 (1935). — MALEK, Z.: Czech. J. Phys. **7**, 152, 244 (1957).

[13] DIETRICH, H., u. E. KNELLER: Z. Metallk. **47**, 716 (1956).

[14] HAHN, R., u. E. KNELLER: Z. Metallk. **49**, 33 (1958).

[15] KNELLER, E., u. G. SCHMELZER: Z. Metallk. **51**, 342 (1960).

4. Versuchsdurchführung

4.1. Herstellung der Einkristalle

Die Rohlinge mit der endgültigen Form der Einkristalle wurden aus Carbonylnickelstäben der Vacuumschmelze Hanau herausgedreht bzw. -gefräst. Die Analyse ergab im Mittel Verunreinigungen von etwa 0,1%, wozu im wesentlichen Eisen, Silizium, Mangan und Kohlenstoff beitrugen. Die Rohlinge hatten kreiszylindrische Form mit 4 mm Durchmesser, bzw. sechseckigen Querschnitt für einige der [110]-Kristalle, wobei die Seitenflächen (110)- und (112)-Ebenen waren, so daß sie mindestens eine [111]-Richtung enthielten. Dadurch bildete sich in den Kristallen eine einfache und reproduzierbare Struktur Weißscher Bezirke aus, die mit der Bitterstreifentechnik beobachtet wurde[16]. Die Länge der verformten Kristalle betrug etwa 70 bis 80 mm.

Die Rohlinge wurden in Aluminiumoxydpulver eingestampft und im Vakuum von etwa 10^{-5} bis 10^{-6} Torr nach dem Bridgeman-Verfahren gezogen[17], nachdem der Impfling in einer speziellen Vorrichtung mit Hilfe einer Röntgenaufnahme in der gewünschten Richtung orientiert und befestigt worden war. Auf diese Weise gelang es, eine bestimmte Orientierung auf mindestens 1° genau einzuhalten.

Alle Kristalle wurden vor der Messung im Vakuum bei 1200° C 5 Std lang geglüht und dann langsam abgekühlt.

Die Dehnung der Proben erfolgte in einer Verformungsapparatur der Firma Instron mit automatischer Aufzeichnung von Kraft und Dehnung. Die Dehnungsgeschwindigkeit betrug stets 0,05 cm/min. Die zur Verformung angelöteten Fassungen wurden für die Messung der Koerzitivkraft wieder entfernt. An jedem Ende der Kristalle ergab sich hierdurch ein nicht mitgedehntes Stück von etwa 5 bis 8 mm, das die Koerzitivkraftwerte aber nicht nennenswert beeinflußte.

Auf Grund dieser Kristallherstellung und -bearbeitung scheiden alle Effekte aus, die durch unmagnetische Einschlüsse bedingt werden, insbesondere also auch die Auswirkung von Hohlräumen, von denen GERLACH[18] gezeigt hat, daß sie in gesinterten Carbonylnickelproben für die Koerzitivkraft verantwortlich zu machen sind.

4.2. Koerzitivkraftmessung

Die Messung der Koerzitivkraft erfolgte magnetometrisch unter Verwendung einer Foerster-Sonde[19]. Die Versuchsanordnung zur Erzeugung

[16] Für die hier nötigen Beobachtungen bin ich Herrn H. SPREEN zu Dank verpflichtet. Siehe auch SPREEN, H.: Diplomarbeit, München 1962. Näheres über Bloch-Wände: s. LILLEY, B.A.: Phil. Mag. **7**, 792 (1950).

[17] BRIDGEMAN, W.: Proc. Nat. Acad. Wash. **10**, 411 (1924); s. auch MEISSNER, J.: Z. Metallk. **50**, 207 (1959).

[18] GERLACH, W.: Z. Physik **133**, 286 (1952).

[19] FOERSTER, F.: Z. Metallk. **46**, 297, 359 (1955).

tiefer und hoher Temperaturen ist derjenigen ähnlich, die von KNELLER[20] ausführlich beschrieben wurde. Die Koerzitivkraftmessung erfolgte im Temperaturbereich zwischen $-185°$ C und $+160°$ C.

Die Pauschalmessung der Koerzitivkraft mit dem magnetometrischen Verfahren wurde durch eine ballistische Methode überprüft, die den Magnetisierungsverlauf längs der ganzen Probe aufzunehmen erlaubte, wenn eine bestimmte äußere Feldstärke eingestellt war. Bei endlichen Proben erfolgt die Ummagnetisierung, durch den Entmagnetisierungsfaktor bedingt, so wie es HAJKO und DANIEL-SZABÓ[21] gemessen haben, nicht an allen Stellen gleichzeitig. Bei homogenen Proben, vor allem Polykristallen und gut geglühten Einkristallen, die aus der Mitte eines längeren Stückes herausgeschnitten worden sind, differieren die auf verschiedene Weise und für verschiedene Stellen der Probe gemessenen Koerzitivkraftwerte aber um höchstens 5%. Die Homogenität der Einkristalle und ihre Koerzitivkraft im unverformten Zustand hängt stark von den Abkühlungsbedingungen nach der Züchtung ab. Dabei im Kristall verbliebene Fehler sind teilweise auch durch die angegebene Glühung nicht zu beseitigen.

Unter Berücksichtigung aller Fehlerquellen beträgt die erreichte Meßunsicherheit für H_c etwa $\pm 5\%$ und etwa $\pm 0{,}005$ Oe bei Werten unter 0,1 Oe.

5. Auswertung der Messungen

5.1. Vergleich runder und prismatischer Kristalle

In prismatischen Kristallen, deren Oberflächen mindestens eine leichte Richtung enthalten, bildet sich eine Struktur Weißscher Bezirke aus, die mittels Bitterstreifen beobachtbar ist. Diese Struktur ist bei geeigneter Formgebung sehr einfach und nur von den Dimensionen der Probe sowie deren magnetischer Vorgeschichte abhängig. Derartige Strukturen wurden erstmals von NÉEL[22] für Eisen berechnet.

Hier wurden [110]-Nickelkristalle mit sechseckigem Querschnitt und (110)- sowie (112)-Oberflächen untersucht[16]. Die beobachtete Struktur bestand in parallelen 71°-Wänden, die in gleichem Abstand senkrecht zur Probenachse durch den ganzen Kristall liefen und einer dazwischen zickzackförmig aufgespannten 180°-Wand. Bei der Ummagnetisierung verschob sich nur die 180°-Wand, während die 71°-Wände im Bereich

[20] KNELLER, E.: In: Beiträge zur Theorie des Ferromagnetismus und der Magnetisierungskurve, herausgeg. von W. KÖSTER. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1956.

[21] HAJKO, V., u. J. DANIEL-SZABÓ: Czech. J. Phys. **8**, 685 (1958).

[22] NÉEL, L.: J. Phys. Radium **8**, 241, 265 (1944).

kleiner Feldstärken ortsfest waren*. Bisher gelang es nur, diese Untersuchungen bei Zimmertemperatur und an unverformten Kristallen durchzuführen.

Vergleicht man das Verhalten dieser prismatischen Kristalle mit dem von runden Kristallen gleicher Orientierung, so fällt auf, daß neben den Verfestigungskurven auch die Koerzitivkraftkurven hinsichtlich Temperaturabhängigkeit, Verformungsabhängigkeit und Absolutwerten der Koerzitivkraft identisch sind. Für die Ummagnetisierung der runden Kristalle müssen also die gleichen Prozesse maßgebend sein, wie sie an den prismatischen beobachtet werden konnten[24].

5.2. Temperaturabhängigkeit von H_c im Ausgangszustand

Nur in reinen, unverformten und gut ausgeglühten Kristallen liegen relativ einfache und überschaubare Verhältnisse hinsichtlich der Versetzungsstruktur und der Struktur der Weißschen Bezirke vor. Das Temperaturverhalten der Koerzitivkraft derartiger Kristalle ist deshalb von großem Interesse für die experimentelle Überprüfung der Koerzitivkrafttheorien. Alle Versetzungstheorien[7-9] und die Streufeldtheorie[11] fordern einen Abfall der Koerzitivkraft mit abnehmender Temperatur, der im wesentlichen durch die im Nenner erscheinende Kristallenergie bestimmt ist. Alle bisherigen Experimente erlaubten aber keine Entscheidung zwischen den verschiedenen angebotenen Potenzen.

Für derartige Messungen wurden [100]-, [110]- und [111]-Kristalle verwendet, deren Koerzitivkraft zwischen $-180°$ C und $+150°$ C auf ein Mehrfaches anstieg. Wenn man die Koerzitivkraft unter Vernachlässigung der schwächer temperaturabhängigen Größen, nämlich der Sättigungsmagnetostriktion, der Sättigungsmagnetisierung und des Schubmoduls, gegen $K_1^{-\frac{1}{2}}$ aufträgt, so findet man wie in Fig. 2 stets einen sehr gut linearen Zusammenhang. Die Koerzitivkraft ließe sich danach durch ein Gesetz $H_c = a_1 K_1^{-\frac{1}{2}} + a_2$ darstellen. Der temperaturunabhängige Anteil a_2, der sich experimentell immer zwischen 0,02 und 0,08 Oe ergab, wird aber durch keine der bekannten Koerzitivkrafttheorien geliefert. Auch eine Berücksichtigung der vernachlässigten temperaturabhängigen Faktoren verbessert diese Tatsache nur ganz unwesentlich.

Trägt man die Koerzitivkraft gegen $K_1^{-\frac{1}{4}}$ auf, so ergeben sich, wie in Fig. 3 dargestellt, für höhere Temperaturen keine Geraden mehr, aber man kann die Kurven so extrapolieren, daß sie durch den Nullpunkt

* In Ultraschallfeldern wurde von HAACKE und JAUMANN[23] dieselbe Blochwandanordnung und -bewegung auf (110)-Oberflächen von Nickelkristallen beobachtet.

[23] HAACKE, G., u. J. JAUMANN: Z. angew. Phys. **12**, 289 (1960).

[24] SCHWINK, CHR., u. D. KRAUSE: Z. angew. Phys. **14**, 238 (1962).

gehen. Die Koerzitivkraft enthält dann also keinen temperaturunabhängigen Anteil mehr und läßt sich in der Form schreiben[24]: $H_c = b_1 K_1^{-\frac{1}{4}}$. Diese Darstellung gilt jetzt aber nur noch, wenn man sich auf das Gebiet sehr tiefer Temperaturen beschränkt. Sie wurde von RIEDER[8] und TRÄUBLE[9] theoretisch abgeleitet. Bei höheren Temperaturen treten Abweichungen zu höheren Koerzitivkraftwerten hin auf, die bereits zwischen $-100°$ C und $-50°$ C einsetzen.

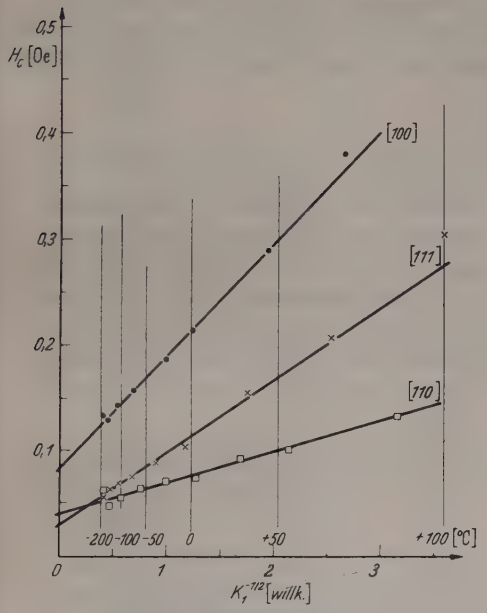

Fig. 2. Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft im Ausgangszustand: $H_c = a_1 K_1^{-\frac{1}{2}} + a_2$

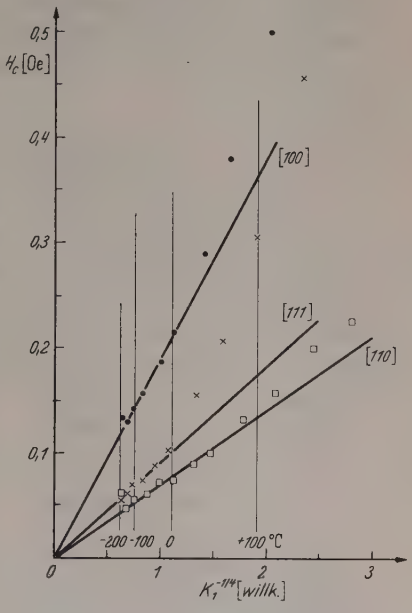

Fig. 3. Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft im Ausgangszustand: $H_c = b_1 K_1^{-\frac{1}{4}}$

Außer der Möglichkeit, daß die Theorie in der vorliegenden Form noch unvollständig ist, kann es vor allem sein, daß die gemachten Voraussetzungen nicht in dem ganzen betrachteten Temperaturintervall gelten. Die Voraussetzungen über die Versetzungsstruktur ändern sich nicht mit der Temperatur, während man über die Temperaturabhängigkeit der Struktur der Weißschen Bezirke keinerlei Kenntnisse besitzt und stets so rechnet, als ob sie konstant bleiben, was auch hier angenommen werden soll. Dann kann also nur die Voraussetzung nicht streng gültig sein, daß die Wände immer eben bleiben und daß die Ummagnetisierung nur durch Blochwandverschiebungen erfolgt.

Mit dem Vorbehalt, daß die Ursache der Abweichungen auch in der Theorie selbst begründet sein kann, läßt sich also folgern: Will man die Koerzitivkraft mit einer solchen Potenz der Kristallenergie beschreiben,

daß sie keinen temperaturunabhängigen Anteil mehr enthält, dann muß man bei höheren Temperaturen neben der reinen Wandverschiebung einen zweiten Mechanismus annehmen, der höhere Koerzitivkraftwerte liefert und eine andere Temperaturabhängigkeit besitzt. Wie in 5.4 noch näher ausgeführt wird, ist diese Annahme auch zur Deutung der Temperaturabhängigkeit verformter Kristalle nötig.

Eine Darstellung $H_c = c_1 K_1^{-1}$, die sich aus den Rechnungen von NÉEL[11] und RIEDER[8] ergibt, beschreibt die Messungen in keinem Fall. Nach dem oben Gesagten genügt aber auch kein einfaches $H_c \sim K_1^{-1/n}$ Gesetz, um die Messungen im Bereich überwiegender Kristallenergie vollständig zu erklären.

5.3. Orientierungsabhängigkeit von H_c bei verformten Kristallen

In den Fig. 4 bis 9 ist die Koerzitivkraft gegen die Temperatur für Kristalle verschiedener Orientierungen und Verformungsstufen aufgetragen. Bei den mittel- und nach [110] orientierten Kristallen, also bei denen, die im Anfangsteil der Verfestigungskurve Einfachgleitung zeigen, ist die auf das betätigte Gleitsystem umgerechnete Schubspannung τ Kurvenparameter, während bei den Kristallen mit Vielfachgleitung, also [100], [111] und beim Polykristall, nur die angelegte Zugspannung σ angegeben ist.

Bei kleinen Verformungen, also im easy-glide-Bereich, unterscheiden sich die H_c-Kurven der mittel- und nach [110] orientierten Kristalle wesentlich.

Das Koerzitivkraftmaximum der mittelorientierten Kristalle, das im Ausgangszustand etwa bei $+150°$ C liegt, verschiebt sich immer weiter zu tieferen Temperaturen hin und geht schließlich beim Übergang zum Verformungsmechanismus des Bereichs II (bei etwa $\tau = 0{,}5$ kp/mm²) in das bekannte Tieftemperaturmaximum über. Mit der Verformung im Bereich I ebnet sich das Maximum weitgehend ein, so daß die Koerzitivkraft bei mehreren Kurven in gewissen Temperaturintervallen nahezu temperaturunabhängig wird.

Die Verschiebung des Maximums findet man in ganz entsprechender Weise bei den [110]-Kristallen (Fig. 7). Der Übergang zum Bereich II erfolgt hier bei $\tau = 1{,}4$ kp/mm². Im Gegensatz zu den mittelorientierten Kristallen fehlt aber die Abflachung des Maximums. Man beobachtet auch bereits im Bereich I, daß sich rechts vom Maximum eine „Schulter" ausbildet, die bei den mittelorientierten Kristallen erst im Bereich II auftaucht.

Bei höheren Verformungen, d.h. im steilen Teil der Verfestigungskurve, stimmen die Kurven der Fig. 4, 6, 8 und 9 qualitativ etwa mit

denen von DIETRICH und KNELLER[13] überein, wobei jedoch zu bemerken ist, daß diese Autoren keine so extrem orientierten Kristalle untersuchten, so daß also nicht schon von Anfang an Vielfachgleitung auftrat, und daß sie keinen [110]-Kristall verformten. Im hier fehlenden Temperatur-

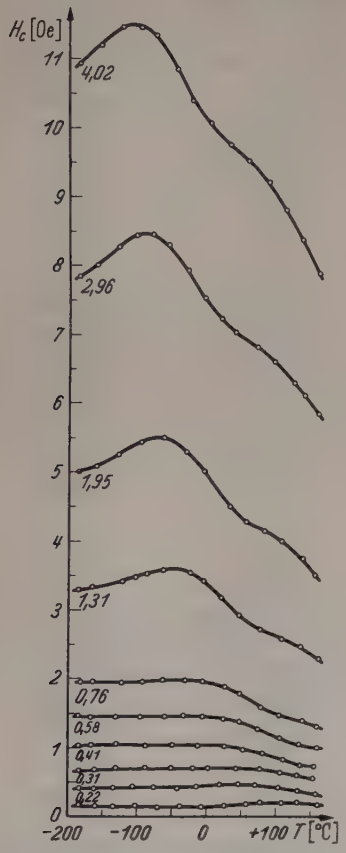

Fig. 4. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-Einkristall *mittlerer Orientierung*. Verformungstemperatur: 295° K. Kurvenparameter τ

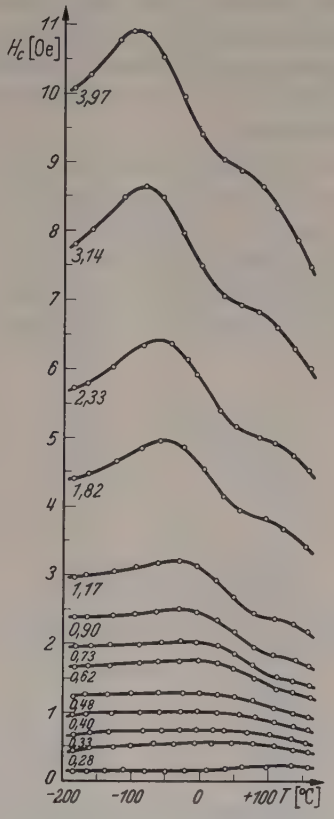

Fig. 5. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-Einkristall *mittlerer Orientierung*. Verformungstemperatur: 90° K. Kurvenparameter τ

intervall zwischen + 200° C und der Curie-Temperatur zeigen alle Kristalle von DIETRICH und KNELLER[13] dieselbe Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft. Das ist im Einklang mit den Koerzitivkrafttheorien, die keine Kristallenergie enthalten[4-6,11] und deren Temperaturfaktor $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ kaum von der Orientierung abhängt.

Der noch fehlende Proportionalitätsfaktor unterscheidet sich bei den vier Theorien, ist aber nur eine Funktion der inneren Spannungen und

damit der Versetzungsdichte[25]. Da die Art und Anordnung der Gitterfehler je nach ihrer Erzeugung unterschiedlich ist, wodurch sich auch die Wechselwirkung mit der Magnetisierung unterscheidet, ist in jedem Fall zu prüfen, welche der angeführten Theorien den Sachverhalt quantitativ besser beschreibt.

Die starken, durch die Orientierung bedingten, Unterschiede zeigen sich erst unterhalb von +150° C, also in dem hier untersuchten Temperaturgebiet.

Alle Kristalle zeigen als Fortführung der bereits im Bereich I einsetzenden Verschiebung des Koerzitivkraftmaximums eine weitere Verschiebung desselben mit zunehmender Verformung. Gleichzeitig

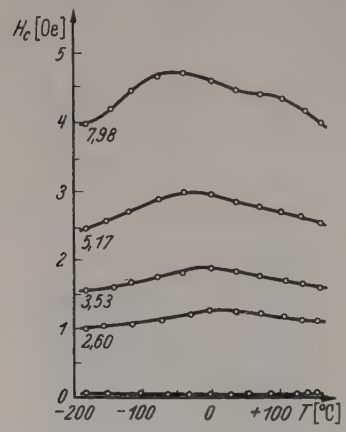

Fig. 6. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-Einkristall mit [111]-*Orientierung*. Verformungstemperatur: 90° K. Kurvenparameter σ

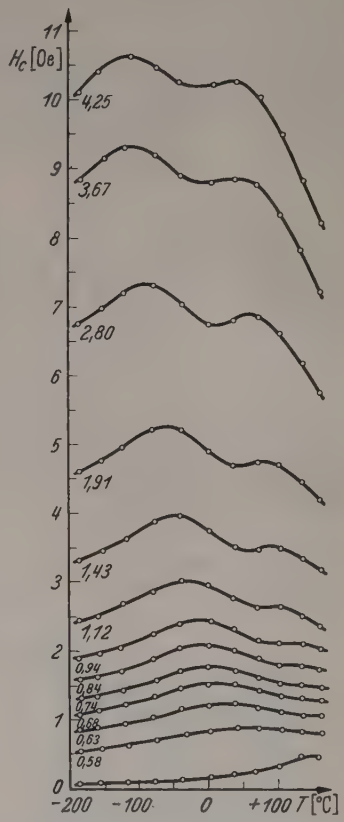

Fig. 7. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-Einkristall mit [110]-*Orientierung*. Verformungstemperatur: 90° K. Kurvenparameter τ

bildet sich beim [100]- und beim mittelorientierten Kristall die „Schulter" rechts vom Maximum aus, an deren Stelle in besonders auffallender Weise beim [110]-Kristall ein zweites Maximum tritt. Diese Verschiedenheit kommt am besten in Fig. 10 zum Ausdruck. Da der Temperaturgang aller Kristalle oberhalb von +200° C gleich ist[13], wurde jeweils die H_c-T-Kurve jeder Orientierung herausgegriffen, die bei +150° C dem Koerzitiv-

[25] KRÖNER, E.: Z. Physik **142**, 463 (1955) und: Kontinuumstheorie der Versetzungen und Eigenspannungen. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1958.

kraftwert 3,0 Oe am nächsten lag, und mit dem Faktor $\frac{3{,}0}{H_c(+150^\circ\mathrm{C})}$ multipliziert. Dadurch werden alle Kurven oberhalb von $+150^\circ$ C identisch, und die Temperaturabhängigkeit wird, wie KNELLER[26] gezeigt hat, ausgezeichnet durch die des Quotienten $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ wiedergegeben.

Unterhalb von $+150^\circ$ C werden die orientierungsbedingten Unterschiede sichtbar. Nur die Kurve der [100]-Kristalle weicht zu höheren

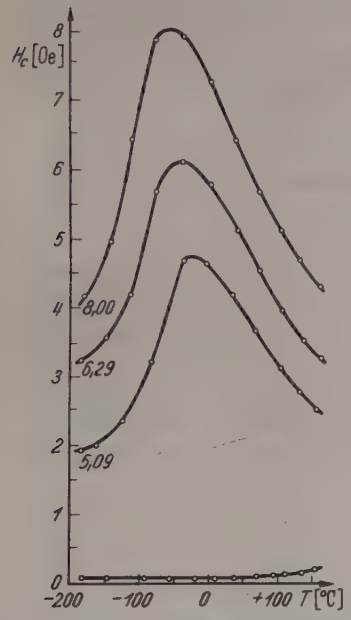

Fig. 8. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-Einkristall mit [100]-*Orientierung*. Verformungstemperatur: 90° K. Kurvenparameter σ

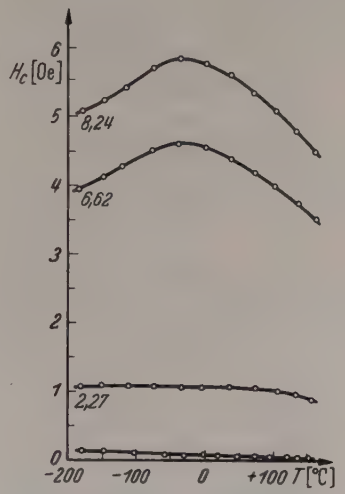

Fig. 9. Koerzitivkraft in Abhängigkeit von der Temperatur. Nickel-*Polykristall*. Verformungstemperatur 90° K. Kurvenparameter σ

H_c-Werten ab, alle anderen Kurven liegen niedriger als die extrapolierte Kurve $H_c \sim \frac{\lambda_s G}{I_s}$. Eine gute Charakterisierung des Kurvenverlaufs erhält man durch die Ableitungen $\frac{\partial H_c}{\partial T}$, die in Fig. 11 als Funktion der Temperatur dargestellt sind. Sie wurden von den Kurven der Fig. 10 gebildet.

Man sieht, daß der Polykristall und näherungsweise auch der [111]-Kristall, von $+150^\circ$ C zu tieferen Temperaturen gehend, zunächst einen monotonen Abfall von $\frac{\partial H_c}{\partial T}$ hat. Das gilt aber nicht für die Kristalle der anderen Orientierungen, bei denen $\frac{\partial H_c}{\partial T}$ erst ein Minimum und anschließend ein Maximum durchläuft. In dieser Darstellung erscheinen Extremwerte der Koerzitivkraft als Nulldurchgänge der Kurven auf der Abszisse. Die zwei zusätzlichen Nulldurchgänge des [110]-Kristalls und das dadurch

[26] KNELLER, E.: In: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus. 1958.

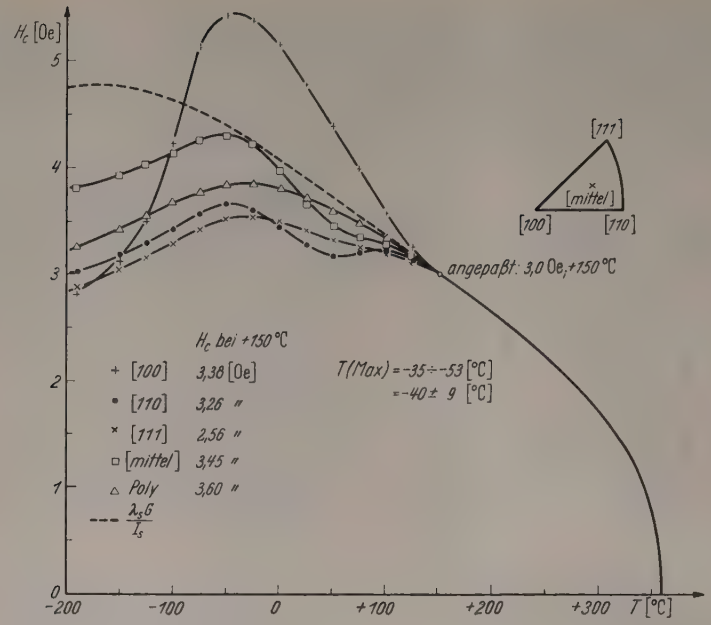

Fig. 10. Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft verformter Nickel-Kristalle verschiedener Orientierung

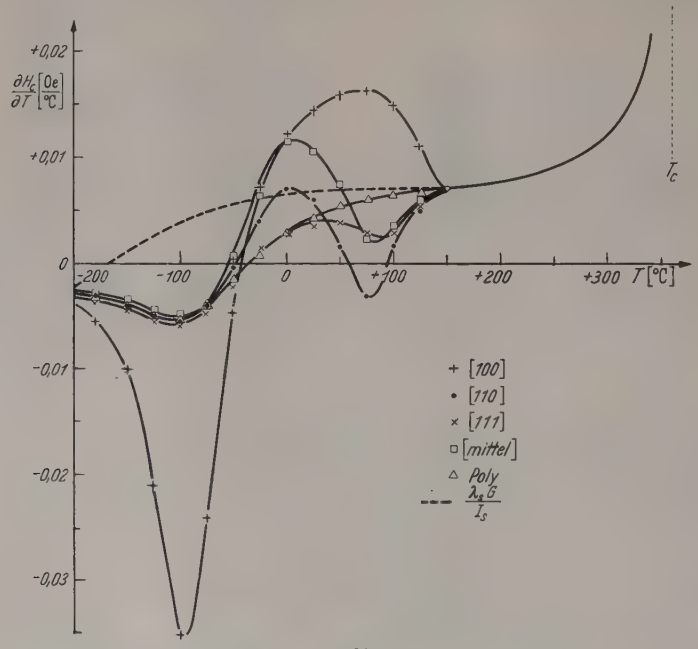

Fig. 11. Temperaturabhängigkeit der Ableitung $\frac{\partial H_c}{\partial T}$, die von den Kurven der Fig. 10 gebildet wurde

bedingte zweite Koerzitivkraftmaximum, sind hiernach also nur ein extremer Fall der anderen Orientierungen und man muß schließen, daß zur Beschreibung der Koerzitivkraft im Gebiet zwischen $-100°$ C und $+150°$ C neben der „Wandverschiebung" ein zweiter Mechanismus, je nach Orientierung verschieden große, Bedeutung gewinnt. Daß es sich in allen Fällen um denselben Mechanismus handelt, kann man aus der Ähnlichkeit der Kurven in Fig. 11 in diesem Temperaturintervall schließen.

Unterhalb von $-100°$C wird $\frac{\partial H_c}{\partial T}$ für alle Kristalle mit Ausnahme des [100]-Kristalls gleich. Nach den Überlegungen des vorigen § 5.2 liegt hier reine Wandverschiebung vor. Eine Vermutung, warum der [100]-Kristall in diesem Temperaturbereich eine Ausnahme darstellt, soll in nächster Zeit experimentell geprüft werden.

Als Arbeitshypothese soll für den zur Beschreibung des H_c-Verlaufs als Funktion der Temperatur benötigten zweiten Wechselwirkungsmechanismus zwischen Versetzungen und Bloch-Wänden die „Wölbung der Bloch-Wände" nach KERSTEN[10] eingeführt werden.

Von allen denkbaren Bewegungen der Bloch-Wände ist bis jetzt nur die Wandverschiebung eindeutig identifiziert worden. Sie bewirkt einen Abfall der Koerzitivkraft zu tiefen Temperaturen hin. In homogenen Metallen ohne Einschlüsse ist im Gebiet großer Kristallenergie kaum ein anderer zweiter Mechanismus denkbar als die Blochwandwölbung, ein direkter experimenteller Beweis ihrer Existenz steht jedoch noch aus*. Die Wandwölbung bewirkt einen Anstieg der Koerzitivkraft zu tiefen Temperaturen hin, da sie aber die gleiche Abhängigkeit von der Versetzungsdichte zeigt, kann sie auf dem Wege über die Verformung nicht von der Wandverschiebung getrennt werden.

5.4. Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft verformter Kristalle

Die Koerzitivkraft von mittelorientierten Kristallen bei kleinen Verformungen (Fig. 4 und 5), also im Bereich I der Verfestigungskurve, zeigt zwei deutlich getrennte Gebiete. Bei hoher Temperatur wird sie wieder gut durch den Quotienten $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ beschrieben, bei tiefer, eventuell durch ein schwach ausgeprägtes Maximum von diesem Gebiet getrennt, ist sie nahezu temperaturunabhängig. Eine etwa temperaturunabhängige Koerzitivkraft liefert nur die sogenannte „Gleitflächenkoerzitivkraft" nach RIEDER[28]. Inwieweit diese Theorie hier Anwendung finden kann,

* Die Blochwandwölbung hat z.B. bei der Erklärung des Temperaturganges der Anfangssuszeptibilität sehr gute Dienste geleistet[27]. Untersuchungen über deren Gang mit der Verformung fehlen allerdings noch.

[27] KERSTEN, M.: Z. angew. Phys. **8**, 313 (1956).

[28] RIEDER, G.: In: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus. 1959.

konnte nicht eindeutig geklärt werden. Dieser Temperaturverlauf ist daher im wesentlichen noch unverstanden.

Die Koerzitivkraft der [110]-Kristalle (Fig. 7) im Bereich I unterscheidet sich nur in den Absolutwerten, aber nicht im Temperaturverlauf von den H_c-Kurven des Bereichs II. Stets gibt es ein Gebiet bei hoher Temperatur, in dem $H_c \sim \frac{\lambda_s G}{I_s}$ ist, und ein Gebiet bei sehr tiefer Temperatur, in dem die Koerzitivkraft mit abnehmender Temperatur abfällt, wo also höchstwahrscheinlich die Wandverschiebung der dominierende Prozeß ist. In dem dazwischenliegenden Gebiet, etwa zwischen $+150°$ C und $-100°$ C, muß von der Arbeitshypothese Gebrauch gemacht und als zweiter Mechanismus die Wandwölbung herangezogen werden.

Es kann als sicher gelten, daß die Unterschiede im Kurvenbild der verschiedenen Orientierungen dadurch bedingt sind, daß den beiden Mechanismen verschiedenes Gewicht zukommt. Je nach Orientierung ist die Anordnung der Versetzungen und der Bloch-Wände zueinander und untereinander verschieden, so daß die Voraussetzungen für die beiden Prozesse unterschiedlich günstig ausfallen. Die Unterschiede bei den verschiedenen Orientierungen werden dadurch verständlich, aber eine quantitative Aussage besteht noch nicht. Diese kann erst dann gemacht werden, wenn mehr Einzelheiten über die Geometrie der Weißschen Bezirke verformter Kristalle bekannt sind.

In diesem Zusammenhang erhebt sich die ebenfalls noch ungeklärte Frage, wie die Ablösung eines Ummagnetisierungsprozesses durch einen anderen erfolgt, ob sich z. B. in einem gewissen Temperaturintervall beide überlagern, oder ob die Ablösung schlagartig erfolgt. Das Auftreten einer H_c-T-Kurve mit stetiger Ableitung erlaubt bei dem hier angewandten pauschalen Meßverfahren noch keine Aussage, weil die Bedingungen für die Ummagnetisierungsprozesse an verschiedenen Orten der Probe unterschiedlich günstig sein können.

Da sich die Koerzitivkraft erfahrungsgemäß in bestimmten Temperaturbereichen meist durch nur einen Prozeß einigermaßen beschreiben läßt, ist zu erwarten, daß das Temperaturgebiet, in dem zwei Prozesse etwa gleichberechtigt sind, relativ klein ist. Verschiedene Experimente sprechen allerdings dafür, daß ein Prozeß nie gänzlich durch einen anderen verdrängt wird, sondern daß er als mehr oder weniger starke Störung stets eine gewisse Rolle spielt.

Schon KNELLER[26] und RIEDER[28] haben näher begründet, daß die Voraussetzungen für die Blochwandwölbung dann besonders günstig sind, wenn eine regelmäßige Versetzungsanordnung vorliegt und wenn die Kristallenergie noch relativ klein, die Magnetostriktion aber schon relativ groß ist. Die „Oberflächenspannung" der Wände ist dann gering und die Haltekraft der Versetzungen groß. Eine anisotrope Anordnung

der Versetzungen erhält man vorwiegend bei der Betätigung von nur einem oder wenigen Gleitsystemen. Das ist der Fall bei den mittel- und nach [110]-orientierten Kristallen sowie, nach Kocks[3], auch in starkem Maße bei [100]-Kristallen, die bereits stärker verformt wurden. Dieser Prozeß liefert also ein Ansteigen der Koerzitivkraft zu tiefen Temperaturen hin mit einer größeren Steigung als sie der Quotient $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ fordert und sollte zunächst mit wachsender Verformung immer ausgeprägter werden.

Die Wandverschiebung wird immer dann zum dominierenden Prozeß, wenn die Grenzfeldstärke zum Losreißen der Wände von den Versetzungen durch die „Oberflächenspannung" bedingt ist, d.h. wenn die beim Wölben neu zu bildende Wandfläche mehr Energie benötigt als das Abreißen von den Versetzungen. Die Wand wird also bestrebt sein eben zu bleiben. Unterhalb von $-140°$ C steigt die Magnetostriktion fast nicht mehr an, während die Kristallenergie noch stark zunimmt. Hier sollte also die Wandverschiebung in jedem Fall auftreten und einen Abfall der Koerzitivkraft zu tiefen Temperaturen hin erzwingen[24]. Die Wandverschiebung ist außerdem besonders dann begünstigt, wenn eine isotrope Versetzungsverteilung vorliegt.

Isotrope Spannungen sollten natürlich in Polykristallen auftreten und in guter Näherung in [111]-Kristallen, bei denen ja von Anfang an Vielfachgleitung stattfindet. In allen anderen Fällen bilden sich zunächst diskrete Spannungssysteme aus. Erst bei höheren Verformungsstufen, beim Übergang zum Bereich III, kommt es durch die dann einsetzende Quergleitung zur Ausbildung von gleichmäßiger verteilten Spannungen. Auch durch eine Verformung bei höherer Temperatur erwartet man, daß durch thermische Aktivierung andere Gleitsysteme relativ frühzeitig mitverfestigt werden. Es ist der gleiche Effekt, der die Verkürzung des Bereichs I zur Folge hat.

Genau den Erwartungen entsprechend, findet man zwischen $+150°$ C und $-100°$ C ein stärkeres Ansteigen von H_c als es der Quotient $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ fordert, vor allem beim [100]-Kristall und in abgeschwächter Form beim mittelorientierten und beim [110]-Kristall. Dagegen findet man diesen Anstieg nicht bei ausgeglühten Kristallen aller Orientierungen sowie bei verformten [111]- und Polykristallen.

Bei den mittelorientierten Kristallen, die in flüssiger Luft verformt wurden, ist die Schulter viel stärker ausgeprägt als bei den bei Zimmertemperatur verformten. Die Trennung der zwei Maxima der [110]-Kristalle wird bereits wieder schlechter, wenn man die letzten Verformungsschritte im Bereich II betrachtet. All diese Tatsachen lassen es als sicher erscheinen, daß hier die Anisotropie der bei der Verformung entstandenen Versetzungsanordnungen zur Auswirkung kommt.

Der Temperaturgang der Koerzitivkraft kommt nach dem Gesagten qualitativ auf folgende Weise zustande:

Mit vom Curie-Punkt abnehmender Temperatur steigt die Koerzitivkraft zunächst so an, wie es der Quotient $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ fordert. In diesem Bereich ist die Kristallenergie noch sehr klein und damit spielt die Anordnung der Versetzungen noch keine Rolle. Wenn die Kristallenergie die Größe der Spannungsenergie erreicht, gewinnen gleichzeitig zwei neue Mechanismen an Bedeutung, und zwar erstens die Blochwandverschiebung und zweitens die Blochwandwölbung. Beide treten in Konkurrenz zueinander, erfordern aber verschiedene Voraussetzungen und liefern eine unterschiedliche Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft.

Als Folge davon bilden sich entweder zwei Maxima aus, oder nur das Tieftemperaturmaximum und eine mehr oder weniger ausgeprägte „Schulter". Bei Temperaturen unterhalb von etwa −140° C sollte stets nur Wandverschiebung möglich sein und daher ein H_c-Abfall auftreten. Alle erreichbaren Messungen an verformten Nickelkristallen bestätigen das.

5.5. Die Lage des Koerzitivkraftmaximums

Um die Lage des Koerzitivkraft-Maximums als Funktion der Temperatur abzuschätzen, ist es nach den Ausführungen des vorhergehenden § 5.4 nur noch nötig, die Begriffe „Haltekraft der Versetzungen" und „Oberflächenspannung der Bloch-Wände" quantitativ zu formulieren.

Eine Berechnung der Kräfte zwischen Versetzungen und Bloch-Wänden erfolgte erstmalig durch VICENA[7] auf der Grundlage der Überlegungen von PEACH und KOEHLER[29], die die Kraftwirkungen zwischen Versetzungen und einem Spannungsfeld untersuchten. Danach ist die von einer Versetzung mit dem Burgers-Vektor b auf eine Bloch-Wand ausgeübte Kraft P je Zentimeter Versetzungslänge:

$$P \sim \lambda_s G b \quad \left[\frac{\text{dyn}}{\text{cm}}\right].$$

Da sich die Wand nur so wölben darf, daß sie ladungsfrei bleibt, d.h. stets die zweite Winkelhalbierende zwischen den Magnetisierungsrichtungen der sie umgebenden Weißschen Bezirke enthält[30], nimmt die Haltekraft eines Versetzungsnetzwerkes P_N bei Erhöhung der Versetzungsdichte vom Wert 1 auf den Wert N nur mit $1/s = \sqrt{N}$ zu, wenn s die Spannweite der Wölbung ist[10]. Die Zunahme der Versetzungsdichte in den anderen Richtungen des Raumes bleibt dagegen angenähert ohne Wirkung. Es gilt also:

$$P_N \sim \lambda_s G b \sqrt{N} \quad \left[\frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2} = \frac{\text{erg}}{\text{cm}^3}\right].$$

[29] PEACH, M., and J. S. KOEHLER: Phys. Rev. **80**, 436 (1950).
[30] DIETZE, H. D.: Z. Physik **149**, 276 (1957).

Der hier fehlende Proportionalitätsfaktor beschreibt die Größe der Kraft als Funktion des Abstandes der Versetzung vom Zentrum der Bloch-Wand. Bei Kenntnis der geometrischen Anordnung der Versetzung relativ zur Bloch-Wand würde er also nach einer Integration über die Versetzungslinie die Orientierungsabhängigkeit liefern. Wichtig ist es, festzustellen, daß er nicht von der Versetzungsdichte und auch nicht von der Temperatur abhängt, solange man nur den Maximalwert betrachtet.

Ein Maß für die „Oberflächenspannung der Wände" ist diejenige Energiedichte E_γ, die zur Herstellung des vergrößerten Wandvolumens bei der Wölbung aufgewendet werden muß, und zwar gilt, wenn γ [erg/cm²] die im allgemeinen Fall orientierungsabhängige Wandenergie der 180°-Wände ist, sowie δ [cm] die Wanddicke, A [erg/cm³] die Dichte der Austauschenergie, K [erg/cm³] die Dichte der Kristallenergie und schließlich a [cm] die Gitterkonstante ist:

$$E_\gamma = \frac{\gamma}{\delta} = \frac{2a\sqrt{AK}}{a\sqrt{\frac{A}{K}}} = 2K \quad \left[\frac{\text{erg}}{\text{cm}^3}\right].$$

Es ist nun vernünftig, das H_c-Maximum an der Stelle anzunehmen, wo $P_N = E_\gamma$ ist. Wegen des fehlenden, aber für jeden Kristall konstanten Proportionalitätsfaktors kann diese Beziehung nur relativ ausgewertet werden. Man erhält also

$$\lambda_s b G \sqrt{N} \sim 2K.$$

Da auch b und der Zahlenfaktor konstant bleiben, folgt

$$\sqrt{N} \sim \frac{K}{\lambda_s G},$$

wobei der jetzt fehlende Faktor dimensionsbehaftet ist.

Die relative Bestimmung der Versetzungsdichten für jeden Verformungsschritt ist mit der Verfestigungstheorie möglich, und zwar ergab sich nach 2,1

im Bereich I: $\sqrt{N} = A\sqrt{\tau - \tau_0}$

und im Bereich II: $\sqrt{N} = B\tau$.

Im Übergangsgebiet zwischen Bereich I und II müssen A und B aneinander angeglichen werden.

In Fig. 12 ist die Lage der Koerzitivkraftmaxima der verschieden orientierten Kristalle für alle Verformungsstufen im Temperaturmaßstab $\frac{K}{\lambda_s G}$ aufgetragen. Beim [111]- und [100]-Kristall, sowie im Gebiet kleiner Verformungen beim [110]-Kristall, wird die geforderte Gerade überraschend gut eingehalten. Im Bereich I der mittelorientierten Kristalle

tritt kein Maximum auf und im Bereich II der mittleren und der [110]-Kristalle gibt es Abweichungen von der Form, daß die Gerade, die man auch jetzt noch durch die Punkte legen kann, nicht mehr durch den Koordinatenursprung geht. Durch Berücksichtigung einer Wechselwirkung der Versetzungen untereinander, sowie der strengen Peach-Köhler-Formel und der wahren Kristallanisotropie $K + \frac{3}{2}\lambda_s \sigma_i$ ließe sich vielleicht dieser Verlauf erklären.

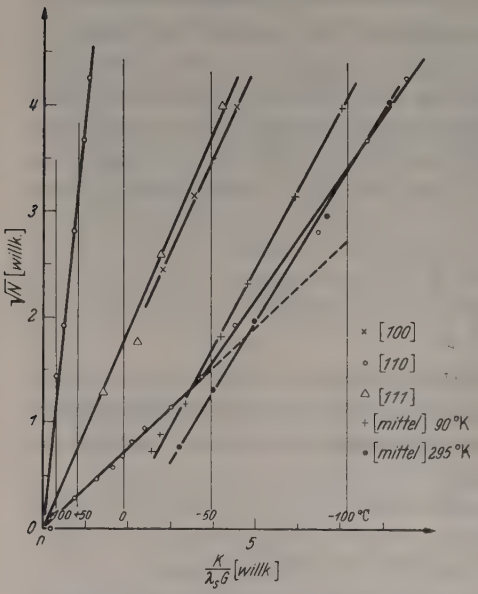

Fig. 12. Die Lage der Koerzitivkraft-Maxima bei Verformung. Die ganz links liegende Gerade gibt die Lage des bei höherer Temperatur liegenden zweiten Maximums der [110]-Kristalle an

Beachtenswert erscheint in diesem Zusammenhang die Tatsache, daß in Fig. 10, in der die H_c-T-Kurven der Kristalle verschiedener Orientierung bei +150° C und 3,0 Oe aneinander angeglichen wurden, das Tieftemperaturmaximum der Koerzitivkraft für alle Orientierungen fast an derselben Stelle lag: $T(\text{Max}) = -44 \pm 9°$ C.

Da oberhalb von +150° C die Koerzitivkraft nicht von der Orientierung abhängt[13], muß man, ganz gleich ob hier die Spannungstheorie gilt oder nur Drehprozesse ablaufen, annehmen, daß bei gleicher Koerzitivkraft auch die Versetzungsdichte N gleich ist. Für die Kurven in Fig. 10 bedeutet das, daß hier N bei allen Kristallen nahezu gleich sein muß. Wenn dann trotz verschiedener Orientierung die Lage des Maximums sich kaum ändert, muß der fehlende Proportionalitätsfaktor in $P_N \sim E_\gamma$ nahezu unabhängig von der Orientierung sein, was bedeutet, daß sich die vernachlässigten Orientierungsabhängigkeiten fast kompensieren. Die Lage des Tieftemperaturmaximums hängt damit nur von der Versetzungsdichte ab. Daß die Kurven in Fig. 12 daraufhin nicht alle zusammenfallen, liegt daran ,daß die Versetzungsdichte nur bis auf einen willkürlichen Faktor aus der Schubspannung bestimmt werden kann. Der Ordinatenmaßstab ist also nicht für alle Kristalle gleich.

Im Gegensatz dazu hängt der Absolutwert der Koerzitivkraft im Maximum stark von der Orientierung ab und kann mit den obigen Überlegungen nicht bestimmt werden.

Für das bei den [110]-Kristallen auftretende zweite Maximum, bzw. die „Schulter" bei den anderen Orientierungen, läßt sich nun durch ähnliche Überlegungen auch eine Beziehung finden. An die Stelle der Haltekraft der Versetzungen ist die Energiedichte E_σ der inneren Spannungsfelder zu setzen. Es gilt nach [4]:

$$E_\sigma = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma_i \sin^2 \vartheta \quad \left[\frac{\text{erg}}{\text{cm}^3}\right],$$

wobei ϑ der Winkel zwischen der Magnetisierung und der Richtung der inneren Spannungen mit der Amplitude σ_i ist.

Im Bereich II ist nach SEEGER[1] σ_i der angelegten Schubspannung τ proportional, die nach der Verfestigungstheorie wiederum proportional zu $\sqrt{N}$ ist: $\sigma_i \sim G\sqrt{N}$. Genau der gleiche Zusammenhang wird im folgenden Abschnitt 5.7 aus der Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft für den Bereich I gefolgert werden.

Man erhält also $E_\sigma \sim \lambda_s G\sqrt{N}$ und durch Gleichsetzen mit E_γ den gleichen qualitativen Zusammenhang $\sqrt{N} \sim \frac{K}{\lambda_s G}$ wie oben. Der Proportionalitätsfaktor ist in diesem Fall natürlich ein anderer.

Auch die Lage des zweiten Maximums der [110]-Kristalle erfüllt (Fig. 12) gut die geforderte Linearität. Die Schulter bei den anderen Orientierungen läßt sich nicht genau genug lokalisieren, um ihre Lage auszuwerten.

5.6. *Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft im Bereich II*

Trägt man, wie in Fig. 13, die Koerzitivkraft gegen die Schubspannung auf, so verhalten sich die mittel- und nach [110] orientierten Kristalle im wesentlichen gleich. Im Bereich I ergeben sich in dieser Darstellung immer nicht-lineare Anstiege, während der Bereich II für höhere Temperaturen, wie es hier für $+150°$ C eingetragen ist, stets die von der Theorie geforderten Geraden zeigt, die die Ordinate etwa im Punkt H_{c0} schneidet, wobei H_{c0} die Koerzitivkraft im Ausgangszustand ist. Aus dem Experiment leitet man also ab: $H_c - H_{c0} \sim \tau$. Die bei der Voraussetzung $\sigma_i \sim \tau$ bereits im Ausgangszustand vorhandenen aber vernachlässigten Spannungen müssen also in dieser Form berücksichtigt werden.

Für Temperaturen von 0° C und darunter findet man systematische Abweichungen, die auf die in Fig. 7 zu beobachtende Verschiebung des Koerzitivkraftmaximums mit wachsender Verformung zurückgehen, und zwar liegen die Absolutwerte der Koerzitivkraft in bestimmten Verformungsabschnitten zu hoch, wenn man die Meßpunkte durch die für $+150°$ C bestätigte Beziehung annähert. Bei den Kristallen, die bei

Zimmertemperatur verformt wurden, kommt durch das relativ frühzeitige Einsetzen des Bereichs III der bereits von KNELLER und SCHMELZER[15] beobachtete erneut steilere Anstieg bei den höheren Verformungsstufen hinzu, der dann für alle Meßtemperaturen an der gleichen Stelle beginnt.

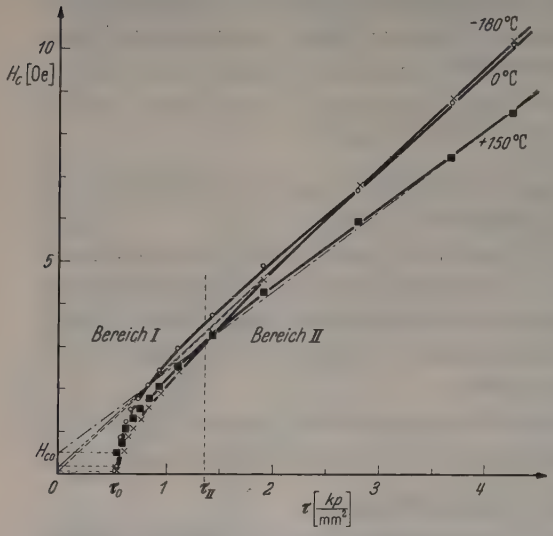

Fig. 13. Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft eines bei 90° K gedehnten [110]-Kristalls. Kurvenparameter ist die Meßtemperatur

Trägt man, wie in Fig. 14, den jeweils zwischen zwei aufeianderfolgenden Verformungsschritten im Bereich II gebildeten Quotienten $\left(\frac{\Delta H_c}{\Delta \tau}\right)_{II}$ gegen die Temperatur auf, so sieht man, daß diese Werte bei hohen und tiefen Temperaturen einigermaßen zusammenfallen, während im dazwischenliegenden Temperaturbereich ein systematischer Gang zu beobachten ist. Die Maxima und Minima verkleinern sich mit zunehmender Verformung laufend und verschieben sich einseitig zu immer tieferen Temperaturen hin. Von den Versetzungstheorien mit Blochwandverschiebung wird für den Bereich II gefordert, daß $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \tau}\right)_{II}$ zwar eine Funktion der Temperatur, aber nicht der Verformung ist. Das gilt aber nur in den Fällen, wo die oben besprochene Blochwandwölbung vernachlässigt werden darf, was offensichtlich nur bei sehr tiefen Temperaturen statthaft ist. Experimentell findet man hier $\left(\frac{\Delta H_c}{\Delta \tau}\right)_{II}$-Werte zwischen 2,2 und

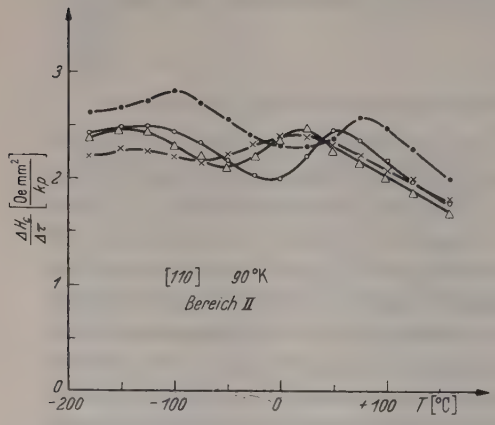

Fig. 14. Temperaturabhängigkeit der Ableitung $\frac{\Delta H_c}{\Delta \tau}$, die zwischen aufeinanderfolgenden Verformungsschritten von den Kurven der Fig. 7 gebildet wurde: • zwischen 8. und 9. Dehnung; ○ zwischen 9. und 10. Dehnung; △ zwischen 10. und 11. Dehnung; × zwischen 11. und 12. Dehnung

$2{,}5\left[\frac{\text{Oe mm}^2}{\text{kp}}\right]$, für mittel- und nach [110] orientierte Kristalle, unabhängig von der Verformungstemperatur. Eine Zusammenstellung der experimentellen Werte befindet sich in der Tabelle. Die Berechnung von $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \tau}\right)_{II}$ aus den Theorien von VICENA[7] und TRÄUBLE[9] liefert in allen Fällen deutlich zu kleine Werte.

5.7. Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft im Bereich I

Die eingangs erwähnte Tatsache, daß der Bereich I durch Verformung bei tiefer Temperatur verlängert werden kann, gibt die Möglichkeit, auch

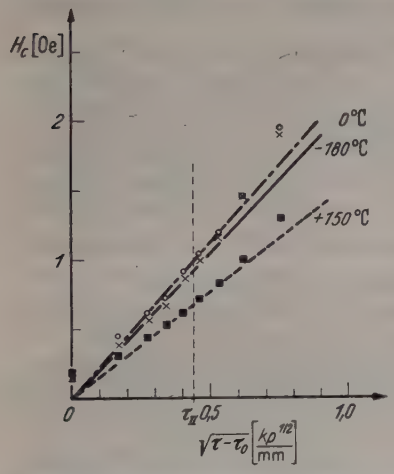

Fig. 15. Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft im Bereich I eines bei 295° K verformten Kristalls *mittlerer Orientierung*. Kurvenparameter: Meßtemperatur

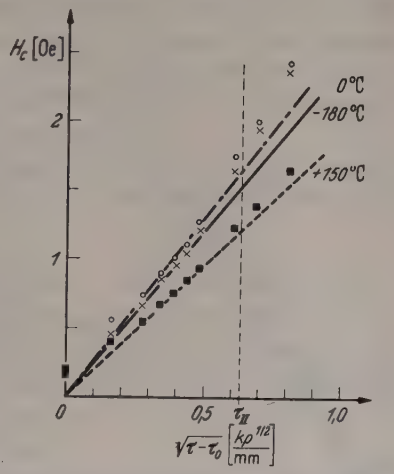

Fig. 16. Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft im Bereich I eines bei 90° K verformten Kristalls *mittlerer Orientierung*. Kurvenparameter: Meßtemperatur

in diesem Bereich den Zusammenhang zwischen der Koerzitivkraft und der Schubspannung quantitativ auszuwerten. In den Fig. 15, 16 und 17 ist die Koerzitivkraft gegen $\sqrt{\tau-\tau_0}$ aufgetragen. Die Meßpunkte laufen asymptotisch gegen die theoretisch zu erwartende Gerade. Die Abweichungen bei den ersten Verformungsschritten sind auf die magnetische Auswirkung der Grundstruktur der Versetzungen zurückzuführen, die in den oben angegebenen verfestigungstheoretischen Beziehungen natürlich nicht mit enthalten ist. Bemerkenswert ist die Tatsache, daß offenbar auch die Kurven für 0° C und sogar für +150° C sehr gut durch die H_c-$\sqrt{\tau-\tau_0}$-Gerade angenähert werden, was nur dann verständlich ist, wenn zwischen der Versetzungsdichte N und dem mittleren Betrag der inneren Spannungen σ_i, wie er in allen kontinuierlichen Theorien auftritt,

die Beziehung $\sigma_i \sim \sqrt{N}$ besteht. Im Bereich II folgt diese Beziehung bereits aus $\sigma_i \sim \tau$, die im Bereich I demnach ihre Gültigkeit verlieren muß. Dadurch ließe sich das magnetische Verhalten von Einkristallen unter Berücksichtigung der jeweiligen Verfestigungstheorien in den Bereichen I und II im Gebiet hoher Temperaturen zumindest qualitativ verstehen. Es müßte also eine *Versetzungstheorie* für das Gebiet aufgebaut werden, in dem die Kristallenergie gegen die Energie der Spannungsfelder zu vernachlässigen ist. Als Ergebnis der hier vorliegenden Messungen hinsichtlich Verformungs- und Temperaturabhängigkeit wird eine Proportionalität $H_c \sim \frac{\lambda_s G}{I_s} \sqrt{N}$ erwartet.

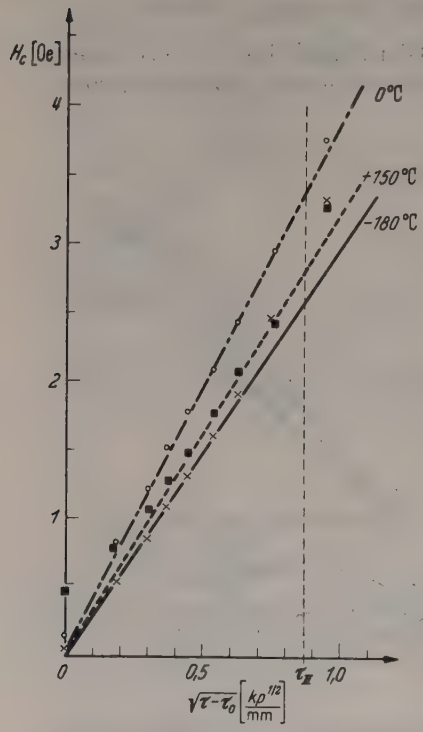

Fig. 17. Verformungsabhängigkeit der Koerzitivkraft im Bereich I eines bei 90° K verformten [110]-*Kristalls*. Kurvenparameter: Meßtemperatur

Besonders sei darauf hingewiesen, daß die ersten größeren Abweichungen von der H_c-$\sqrt{\tau-\tau_0}$-Geraden mit den ersten Abweichungen vom linearen Verfestigungsanstieg im Übergangsgebiet zwischen den Bereichen I und II der Verfestigungskurve zusammenfallen. Die Änderung der Schubspannungsabhängigkeit im magnetischen Verhalten ist also ausschließlich durch die gleichzeitig stattfindende Änderung im mechanischen Verhalten bedingt, was nicht ohne weiteres vorausgesetzt werden durfte, weil dieser Übergang im mechanischen Verhalten durch das Überschreiten einer gewissen Schubspannung, im magnetischen Verhalten dagegen durch eine kritische Versetzungsdichte bestimmt wird.

Die experimentellen Werte für den Differentialquotienten $\left(\frac{\partial H_c}{\partial \sqrt{\tau-\tau_0}}\right)_I$ sind für die verschiedenen Kristalle aus der Tabelle ersichtlich und liegen zwischen 1,9 und 3,0 $\left[\frac{\text{Oe mm}}{\text{kp}^{\frac{1}{2}}}\right]$ je nach Kristallorientierung und Verformungstemperatur. Für in dieser Hinsicht identische Kristalle betragen die Schwankungen aber nur etwa $\pm 0{,}1$. Eine Berechnung aus der Theorie ist auch in diesem Fall noch mit zu großen Unsicherheiten behaftet, als daß es sinnvoll wäre, die auftretenden Differenzen zu diskutieren.

Zusammenfassung

a) Ein Vergleich von [110]-Kristallen mit rundem und sechseckigem Querschnitt, bei denen alle Oberflächen mindestens eine leichte Richtung enthalten, hinsichtlich Verformungs- und Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft führt zu dem Schluß, daß die Ummagnetisierungsvorgänge in beiden Kristallen identisch sind. Durch Bitterstreifenbeobachtung auf den Oberflächen der sechseckigen Kristalle wird die Verschiebung einer 180°-Wand als Ursache erkannt.

b) Zur Erklärung der Orientierungsabhängigkeit der Koerzitivkraft muß man im Temperaturgebiet zwischen $+150°$ C und $-100°$ C mindestens zwei Ummagnetisierungsmechanismen annehmen. Neben der experimentell gesicherten „Blochwandverschiebung" wird als Arbeitshypothese die „Blochwandwölbung" nach KERSTEN[10] angenommen. Qualitativ kann man damit den Verlauf der Koerzitivkraft mit der Temperatur verstehen, wenn man beiden Mechanismen je nach Orientierung verschiedenes Gewicht zukommen läßt.

c) Für Temperaturen oberhalb von $+150°$ C bis $+200°$ C wird die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft aller Kristalle durch die des Quotienten $\frac{\lambda_s G}{I_s}$ beschrieben.

Für Temperaturen unterhalb von etwa $-100°$ C folgt die Koerzitivkraft ausgeglühter Kristalle aller Orientierungen einem Gesetz $H_c = b_1 K_1^{-\frac{1}{4}}$.

Eine quantitative Erklärung des Temperaturverlaufs der Koerzitivkraft verformter Kristalle unterhalb von $+150°$ C ist noch nicht möglich. Qualitativ kommt er durch die Überlagerung der in b) genannten Ummagnetisierungsmechanismen zustande.

d) Die Lage der Koerzitivkraftmaxima für Kristalle aller Orientierungen als Funktion der Temperatur verschiebt sich mit zunehmender Verformung gemäß der Beziehung $\sqrt{N} \sim \frac{K}{\lambda_s G}$.

e) Für mittel- und nach [110] orientierte Kristalle wird im Bereich II der Einkristall-Verfestigungskurve die Proportionalität $H_c \sim \tau$ bestätigt. Im Bereich I gilt für alle Temperaturen zwischen $-180°$ C und $+160°$ C eine Abhängigkeit $H_c \sim \sqrt{\tau - \tau_0}$. Unter Berücksichtigung der Verfestigungstheorie wird damit für diese Temperaturen und alle Verformungsstufen in den Bereichen I und II eine Proportionalität $H_c \sim \sqrt{N}$ gefordert.

Herrn Professor Dr. W. ROLLWAGEN danke ich für die Überlassung des Themas und die großzügige Unterstützung dieser Arbeit. Herrn Dr. CHR. SCHWINK bin ich für deren Anregung und die in zahlreichen Diskussionen erteilten Hinweise dankbar.

Daneben gilt mein Dank der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Bundesatomministerium, die durch finanzielle und apparative Hilfe die Durchführung dieser Arbeit unterstützten.

Druck der Universitätsdruckerei H. Stürtz AG., Würzburg

LEBENSLAUF

Am 3. November 1933 wurde ich in Magdeburg als Sohn des Dipl.-Ing. Hermann Krause und seiner Ehefrau Margarete, geb. Zoepke, geboren. Ich habe drei jüngere Brüder.

Im Jahre 1938 zogen wir nach Berlin, wo ich ab 1940 die Volksschule und nach den mehrmaligen Ortswechseln während der letzten Kriegsjahre die Rheingau-Oberschule besuchte. Nach unserer Übersiedlung nach Erlangen im Jahre 1951 besuchte ich die dortige Ohm-Oberrealschule bis zur Ablegung der Reifeprüfung im Juli 1953.

Im Wintersemester 1953/54 schrieb ich mich an der Universität Erlangen zum Physikstudium ein und bestand dort im Februar 1956 die Diplom-Vorprüfung. Bis zur Ablegung der Diplom-Prüfung im Juli 1959 studierte ich dann an der Ludwig-Maximilians-Universität in München. Meine Diplomarbeit und die daran anschließende Dissertation verfertigte ich am II. Physikalischen Institut der Universität unter der Leitung von Herrn Professor Dr. W. Rollwagen.

Im Dezember 1961 heiratete ich Helga Kratzenstein aus Greiz/Thüringen.